

VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

PCT

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

(Artikel 18 sowie Regeln 43 und 44 PCT)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts 52 895 V	WEITERES VORGEHEN Siehe Mitteilung über die Übermittlung des internationalen Recherchenberichts (Formblatt PCT/ISA/220) sowie, soweit zutreffend, nachstehender Punkt 5	
Internationales Aktenzeichen PCT/EP 99/07968	Internationales Anmeldedatum (Tag Monat Jahr) 20/10/1999	(Frühestes) Prioritätsdatum (Tag Monat Jahr) 23/10/1998
Anmelder BIONORICA ARZNEIMITTEL GMBH et al.		

Dieser internationale Recherchenbericht wurde von der Internationalen Recherchenbehörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 18 übermittelt. Eine Kopie wird dem Internationalen Büro übermittelt.

Dieser internationale Recherchenbericht umfaßt insgesamt **4** Blätter.



Darüber hinaus liegt ihm jeweils eine Kopie der in diesem Bericht genannten Unterlagen zum Stand der Technik bei.

1. Grundlage des Berichts

- a. Hinsichtlich der **Sprache** ist die internationale Recherche auf der Grundlage der internationalen Anmeldung in der Sprache durchgeführt worden, in der sie eingereicht wurde, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.



Die internationale Recherche ist auf der Grundlage einer bei der Behörde eingereichten Übersetzung der internationalen Anmeldung (Regel 23.1 b)) durchgeführt worden.

- b. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale Recherche auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das



in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.



zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.



bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.



bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.



Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.



Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfaßten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

2. ☐ **Bestimmte Ansprüche haben sich als nicht recherchierbar erwiesen** (siehe Feld I).

3. ☐ **Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung** (siehe Feld II).

4. Hinsichtlich der **Bezeichnung der Erfindung**



wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.



wurde der Wortlaut von der Behörde wie folgt festgesetzt:

5. Hinsichtlich der **Zusammenfassung**



wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.



wurde der Wortlaut nach Regel 38.2b) in der in Feld III angegebenen Fassung von der Behörde festgesetzt. Der Anmelder kann der Behörde innerhalb eines Monats nach dem Datum der Absendung dieses internationalen Recherchenberichts eine Stellungnahme vorlegen.

6. Folgende Abbildung der **Zeichnungen** ist mit der Zusammenfassung zu veröffentlichen: Abb. Nr. **1**



wie vom Anmelder vorgeschlagen



weil der Anmelder selbst keine Abbildung vorgeschlagen hat.



weil diese Abbildung die Erfindung besser kennzeichnet.



keine der Abb.



INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 99/07968

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 B01D3/06 B01D5/00 B01D1/28 B01D1/30

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 B01D A61K C11B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	DE 295 04 345 U (ESA TECH DR BAUMANN GMBH) 18. Mai 1995 (1995-05-18)	1,5-8
A	Seite 11, Absatz 7; Ansprüche 1,2; Abbildung 1	15,16, 20,21
A	US 4 305 790 A (KRAMER SR EDWARD F) 15. Dezember 1981 (1981-12-15)	1,6,7, 14,18, 20,21
A	Spalte 3, Zeile 39 -Spalte 4, Zeile 25; Abbildung 1	
A	DE 41 29 076 A (LEUNA WERKE AG) 4. März 1993 (1993-03-04) Anspruch 1; Abbildungen	2,6



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

"Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen"

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfindenscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfindenscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann nahelegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

25. Januar 2000

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

02/02/2000

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P. B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Van Belleghem, W

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inte onal anzeichen

PCT/EP 07968

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	WO 93 24198 A (TRANSFERON WAESCHEREIMASCH ;RANNOV MICHAEL (DE)) 9. Dezember 1993 (1993-12-09) Abbildung ---	3,6,9,10
A	EP 0 600 203 A (BUSS AG) 8. Juni 1994 (1994-06-08) Abbildungen ---	13
A	WO 97 20606 A (SLOSSEL, S.) 12. Juni 1997 (1997-06-12) Abbildung 1 ---	1,3,9, 10,13, 20,21
A	FR 2 435 521 A (TOURNAIRE SA) 4. April 1980 (1980-04-04) -----	

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören:

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 99/07968

Im Recherchenbericht angefundenes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitgliedern der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
DE 29504345 U	18-05-1995	DE 19507126 A AT 171638 T DE 19518346 A DE 59600630 D WO 9626780 A EP 0812233 A JP 11502463 T	12-09-1996 15-10-1998 21-11-1996 05-11-1998 06-09-1996 17-12-1997 02-03-1999
US 4305790 A	15-12-1981	CA 1172989 A	21-08-1984
DE 4129076 A	04-03-1993	KEINE	
WO 9324198 A	09-12-1993	DE 4218451 A	09-12-1993
EP 0600203 A	08-06-1994	CH 684057 A CA 2102718 A,C CN 1089298 A,B DE 59309542 D JP 2572713 B JP 6271869 A KR 126446 B RU 2073062 C US 5415764 A	15-07-1994 31-05-1994 13-07-1994 02-06-1999 16-01-1997 27-09-1994 18-12-1997 10-02-1997 16-05-1995
WO 9720606 A	12-06-1997	IT T0950974 A AU 1175197 A	06-06-1997 27-06-1997
FR 2435521 A	04-04-1980	KEINE	



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/EP 99/07968

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 B01D3/06 B01D5/00 B01D1/28 B01D1/30

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 B01D A61K C11B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No
X	DE 295 04 345 U (ESA TECH DR BAUMANN GMBH) 18 May 1995 (1995-05-18)	1,5-8
A	page 11, paragraph 7; claims 1,2; figure 1	15,16, 20,21
A	--- US 4 305 790 A (KRAMER SR EDWARD F) 15 December 1981 (1981-12-15)	1,6,7, 14,18, 20,21
	column 3, line 39 -column 4, line 25; figure 1	
A	--- DE 41 29 076 A (LEUNA WERKE AG) 4 March 1993 (1993-03-04)	2,6
	claim 1; figures --- -/--	



Further documents are listed in the continuation of box C.



Patent family members are listed in annex.

Special categories of cited documents

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

25 January 2000

Date of mailing of the international search report

02/02/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl.
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Van Belleghem, W

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inter. Search No.
PCT/EP 07968

C. (Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category	Citation of document, with indication where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 93 24198 A (TRANSFERON WAESCHEREIMASCH ;RANNOV MICHAEL (DE)) 9 December 1993 (1993-12-09) figure	3,6,9,10
A	EP 0 600 203 A (BUSS AG) 8 June 1994 (1994-06-08) figures	13
A	WO 97 20606 A (SLOSSEL, S.) 12 June 1997 (1997-06-12) figure 1	1,3,9, 10,13, 20,21
A	FR 2 435 521 A (TOURNAIRE SA) 4 April 1980 (1980-04-04)	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 99/07968

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
DE 29504345	U	18-05-1995	DE 19507126 A AT 171638 T DE 19518346 A DE 59600630 D WO 9626780 A EP 0812233 A JP 11502463 T	12-09-1996 15-10-1998 21-11-1996 05-11-1998 06-09-1996 17-12-1997 02-03-1999
US 4305790	A	15-12-1981	CA 1172989 A	21-08-1984
DE 4129076	A	04-03-1993	NONE	
WO 9324198	A	09-12-1993	DE 4218451 A	09-12-1993
EP 0600203	A	08-06-1994	CH 684057 A CA 2102718 A,C CN 1089298 A,B DE 59309542 D JP 2572713 B JP 6271869 A KR 126446 B RU 2073062 C US 5415764 A	15-07-1994 31-05-1994 13-07-1994 02-06-1999 16-01-1997 27-09-1994 18-12-1997 10-02-1997 16-05-1995
WO 9720606	A	12-06-1997	IT T0950974 A AU 1175197 A	06-06-1997 27-06-1997
FR 2435521	A	04-04-1980	NONE	



Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

Applicant's or agent's file reference 52 895 V	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/EP99/07968	International filing date (<i>day/month/year</i>) 20 October 1999 (20.10.99)	Priority date (<i>day/month/year</i>) 23 October 1998 (23.10.98)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC B01D 3/06		
Applicant BIONORICA ARZNEIMITTEL GMBH		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.

2. This REPORT consists of a total of 5 sheets, including this cover sheet.

☒ This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).

These annexes consist of a total of _____ sheets.

3. This report contains indications relating to the following items:

- I ☒ Basis of the report
- II ☐ Priority
- III ☐ Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- IV ☐ Lack of unity of invention
- V ☒ Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
- VI ☐ Certain documents cited
- VII ☒ Certain defects in the international application
- VIII ☐ Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 22 March 2000 (22.03.00)	Date of completion of this report 15 January 2001 (15.01.2001)
Name and mailing address of the IPEA/EP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.



INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/EP99/07968

I. Basis of the report

1. This report has been drawn on the basis of (*Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to the report since they do not contain amendments.*):

- ☒ the international application as originally filed.
- ☐ the description, pages 1-11, as originally filed,
pages _____, filed with the demand,
pages _____, filed with the letter of _____,
pages _____, filed with the letter of _____.
- ☐ the claims, Nos. 1-21, as originally filed,
Nos. _____, as amended under Article 19,
Nos. _____, filed with the demand,
Nos. _____, filed with the letter of _____,
Nos. _____, filed with the letter of _____.
- ☐ the drawings, sheets/fig 1/1, as originally filed,
sheets/fig _____, filed with the demand,
sheets/fig _____, filed with the letter of _____,
sheets/fig _____, filed with the letter of _____.

2. The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/fig _____

3. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).

4. Additional observations, if necessary:



INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No
PCT/EP 99/07908

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1 Statement

Novelty (N)	Claims	2 - 4, 9 - 21	YES
	Claims	1, 5 - 8	NO
Inventive step (IS)	Claims	2 - 4, 9 - 21	YES
	Claims	1, 5 - 8, 21	NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1 - 21	YES
	Claims		NO

2 Citations and explanations

This report makes reference to the following document:

D1: DE-U-295 04 345 (ESA TECH DR BAUMANN GMBH)
18 May 1995 (1995-05-18)

- Claims 1 and 5:** The solution proposed in Claims 1 and 5 of the present application cannot be regarded as novel (PCT Article 33(2)), because D1 shows (Figure 1) a vacuum distillation system comprising a flash evaporator (26), a vent condenser (63) and a condenser (40, 65, 42), said system being provided with means (19) for recycling part of the condensate into the base product.
- Claim 6:** D1 shows 2 condensation stages (40 and 42).
- Claim 7:** D1 shows a vacuum distillation system wherein the condensate is fed to the evaporator above the liquid level of the base product (30).
- Claim 8:** D1 shows a vacuum distillation system wherein the condensate is fed to a mixing container (1) before entering the evaporator.

.../...



(Continuation of V.2)

5. **Claims 2 - 4, 9 - 13:** The subjects of Claims 2 - 4 and 9 - 13 are neither disclosed by the prior art nor obvious. However, it is not apparent from the present application wherein an inventive concept common to Claims 2 - 4 and 9 - 13 might lie (PCT Rule 13).
6. **Claim 14:** The method of Claim 14 addresses the problem of preventing the reduction of a more highly volatile solvent in the base product of the vacuum distillation system, in order to prevent precipitation of extracted material. This problem is solved in that the first fraction is condensed in several stages and a portion of the condensate is recycled to the base product. The method of Claim 14 is neither disclosed by the prior art nor obvious.
7. **Claims 15 - 20:** Since Claims 15 - 20 refer to independent Claim 14, they are neither disclosed by the prior art nor obvious.
8. **Claim 21:** D1 shows the use of a system according to Claim 1 to concentrate a contaminated water-solvent emulsion. A person skilled in the art seeking to solve the problem of concentrating an organic-aqueous solvent containing extracted materials would use the D1 system.
9. It is clear from the inventive concept that not all the vapour need be returned to the flash evaporator, which happens during the start-up phase in D1, for example. However, a procedure of this kind, which would make little sense in the present case, is possible in independent Claims 1 and 14.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No
PCT/EP 99/07966

VII. Certain defects in the international application

The following defects in the form or contents of the international application have been noted

1. The way in which the system described in the present application functions is not clear from Figure 1. For instance, the mode of operation of the rectification is not clear, because it produces only an outlet flow. In addition, no fraction is removed from the base circuit and therefore it is not clear how the column functions at the base.



PCT

WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
Internationales BüroINTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation ⁷ : B01D 3/06, 5/00, 1/28, 1/30	A1	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 00/24488 (43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 4. Mai 2000 (04.05.00)
--	----	--

<p>(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP99/07968</p> <p>(22) Internationales Anmeldedatum: 20. Oktober 1999 (20.10.99)</p> <p>(30) Prioritätsdaten: 198 49 010.0 23. Oktober 1998 (23.10.98) DE</p> <p>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): BIONOR-ICA ARZNEIMITTEL GMBH [DE/DE]; Kerschensteinerstrasse 11-15, D-92318 Neumarkt (DE).</p> <p>(72) Erfinder; und (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): JOSEPH, Heinz-Walter [DE/DE]; Ackerstrasse 22, D-92348 Berg (DE). POPP, Michael, A. [DE/DE]; Weinbergstrasse 3, D-91207 Lauf (DE). RANNOV, Michael [DE/DE]; Max-Planck-Strasse 11 a, D-53577 Neustadt - Fernthal (DE).</p> <p>(74) Anwälte: SCHWABE, Hans-Georg usw.; Stuntzstrasse 16, D-81677 München (DE).</p>	<p>(81) Bestimmungsstaaten: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DK, DM, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).</p> <p>Veröffentlicht Mit internationalem Recherchenbericht.</p>
---	--

(54) Title: VACUUM DISTILLATION SYSTEM AND USE THEREOF FOR CONCENTRATING ORGANIC-AQUEOUS SOLVENT MIXTURES

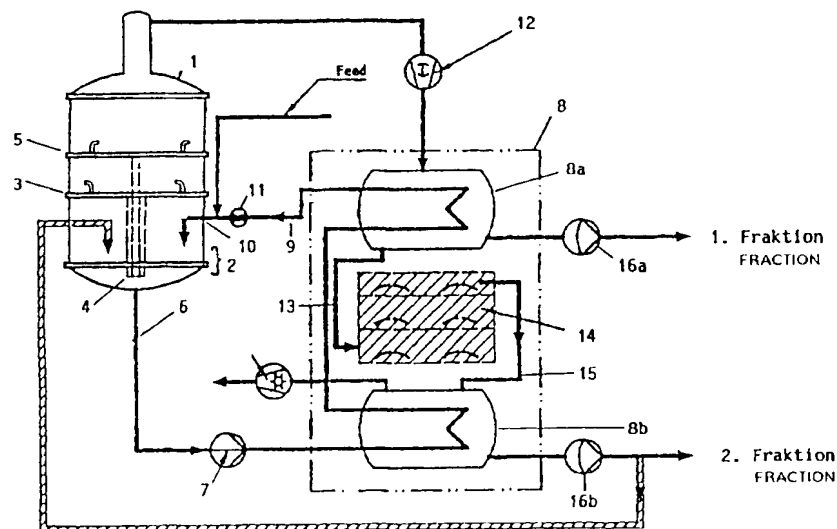
(54) Bezeichnung: VAKUUMDESTILLATIONSANLAGE UND VERWENDUNG DERSELBEN ZUR AUFKONZENTRATION VON ORGANISCH-WÄSSRIGEN LÖSUNGSMITTELGEMISCHEN

(57) Abstract

The invention relates to a vacuum distillation system and a method for concentrating organic-aqueous solutions, especially of so-called spissum extracts using said system. The vacuum distillation system comprises a flash evaporator (1), a vent condenser and a multi-stage condenser (8) downstream of the vent condenser (12). The inventive system is also provided with means for recovering at least a part of the condensate from any condenser step and returning it to the bottom product. The invention further relates to a method for concentrating organic-aqueous solutions such as concentrated extracts using said system.

(57) Zusammenfassung

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vakuumdestillationsanlage sowie ein Verfahren zur Aufkonzentrierung organisch-wässriger Lösungen, insbesondere von Spissumextrakten unter Verwendung dieser Anlage. Die erfindungsgemäße Vakuumdestillationsanlage umfaßt einen Flash-Verdampfer (1), einen Brüdenverdichter (12) und einen dem Brüdenverdichter nachgeschalteten mehrstufigen Kondensator (8), wobei Mittel zum Rückführen mindestens eines Teils des Kondensats aus einer Kondensationsstufe in das Sumpfprodukt vorgesehen sind. Weiterhin umfaßt die vorliegende Erfindung ein Verfahren zur Aufkonzentrierung organisch-wässriger Lösungen wie aufkonzentrierte Extrakte unter Verwendung dieser Anlage.



LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidsehan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	ML	Mali	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	MN	Mongolei	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauretanien	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MX	Mexiko	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	PL	Polen		
CM	Kamerun	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CU	Kuba	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
DK	Dänemark	LR	Liberia	SG	Singapur		
EE	Estland						

"Vakuumdestillationsanlage und Verwendung derselben zur Aufkonzentration von organisch-wässrigen Lösungsmittelgemischen"

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vakuumdestillationsanlage sowie ein Verfahren zur Aufkonzentrierung organisch-wässriger Lösungsmittelgemische, insbesondere von Spissumextrakten unter Verwendung dieser Anlage.

Ein Weg zur Herstellung von Arzneimitteln auf Pflanzenbasis besteht in der Extraktion des Pflanzenmaterials und Weiterverarbeitung der erhaltenen Extrakte und Tinkturen zu Trockenextrakten. Überlicherweise werden wässrige, alkoholische oder gemischt wässrig/alkoholische Extrakte hergestellt, wobei meistens Ethanol als alkoholische Komponente eingesetzt wird. Die Extrakte können jedoch auch weitere organische Lösungsmittel wie Methanol, Propanol, Butanole wie auch Ether oder Ketone (insbesondere Ethylether und Aceton) enthalten. Die so erhaltenen Extrakte oder Tinkturen werden entweder als solche angewandt oder zu sogenannten Spissumextrakten eingeeengt. Diese können anschließend zu Trockenextrakten verarbeitet werden. Die Aufkonzentration von organisch-wässrigen Lösungsmittelgemischen erfolgt normalerweise durch Blasen- oder Oberflächenverdampfung. Dadurch kann es durch den Kontakt mit heißen Oberflächen zu unerwünschten Umwandlungen kommen, was zu einer Verringerung der Wirkstoffgehalte führen kann. Da bei einer Destillation des Standes der Technik die leichter flüchtige Komponente des Lösungsmittelgemisches zuerst abdampft, kommt es zu einer prozentualen Erhöhung des Wasseranteiles. Dieser Wasseranteil ist ursächlich dafür verantwortlich, daß Keimwachstum begünstigt wird. Diese Keimzahlgrenzen sind für Bakterien, Hefen und Schimmelpilze in den einschlägigen Pharmakopoen festgelegt.

Bei Wahl eines nicht sterilen Ausgangsprodukts, wie es bei der Produktion von Pflanzenextrakten unvermeidlich vorliegt, hängt die Keimzahl im fertigen Endprodukt unmittelbar mit der Verarbeitungsdauer zusammen.

Zur Spissumtrocknung wurde ein Verfahren vorgesehen, das schonend mit Hilfe eines mehrschenkligen Rückwerks die Trockenzeit erheblich verringert (DE 195 25 026.5), jedoch kapazitive Problem aufwirft. Um zu vermeiden, daß dieses Verfahren zur Spissumherstellung benötigt wird, wäre eine vorherige Aufkonzentration unter gleich schonenden Bedingungen notwendig. Hierzu ist großtechnisch kein Verfahren bekannt.

Das Eindicken oder Eindampfen erfolgt üblicherweise mittels herkömmlicher Destillation. Die herkömmliche Destillation zur Eindickung oder Eindampfung von Spissumextrakten oder allgemeiner wässrigen, alkoholischen Lösungen, weist jedoch verschiedene Nachteile auf. Erstens benötigt man, um stark polarische Lösungen wie Wasser oder Alkohol zu verdampfen, viel Energie. Beispielsweise werden zur Verdampfung von einem Kilo Wasser bei herkömmlichen Verdampfersystemen ca. 1 Kw Leistung benötigt, was dem 15-fachen der zur Destillation von apolaren Lösungsmitteln wie beispielsweise Toluol benötigten Menge entspricht. Dies erfordert wiederum auf apparativer Seite, daß die Wärmeaustauscherflächen besonders groß sind und stetig Wärme zugeführt werden muß. Daraus ergibt sich, daß Prozesse ohne Wärmerückgewinnung äußerst unwirtschaftlich sind.

Weiterhin besteht das Problem, daß bei Lösungsmittelgemischen zunächst das leichter flüchtige Lösungsmittel abdestilliert wird, sich das Verhältnis der Lösungsmittel zueinander im Sumpfprodukt daher stetig ändert. Eine Verringerung des Alkoholgehalts, der bei wässrigen, alkoholischen Lösungsmittelgemischen die leichter flüchtige Komponente darstellt, führt bei Pflanzenextrakten jedoch zur Ausfällung von extrahiertem Material, was nicht erwünscht ist. Im Extremfall bedeutet dies, daß sich die Sumpfproduktverdichtung nur realisieren läßt, indem im Batchverfahren zuerst der Alkohol und in einem zweiten Durchgang das Wasser abdestilliert wird. Dies führt jedoch zur Entmischung des Produkts.

Weiterhin muß, wie oben angedeutet bei der herkömmlichen Destillation stetig Wärme zugeführt werden. Dies steht im Widerspruch zur starken Temperaturempfindlichkeit der meisten pflanzlichen Wirkstoffe, zu deren Schutz meistens unter Anlegung eines Vakuums destilliert wird. Dadurch läßt sich zwar die Arbeitstemperatur des Destillationsverfahrens

senken, die Notwendigkeit der Wärmezufuhr besteht jedoch weiterhin und ein Zuführen der Wärme führt zu einer erheblichen Grenzflächenbelastung im einzuengenden Sumpfprodukt.

Schließlich besteht bei der Eindampfung von wässrig, alkoholischen Pflanzenextrakten für einige Pflanzen zusätzlich noch das Problem der Schaumbildung. Um eine Schaumbildung zu vermeiden muß die Oberflächenspannung des Sumpfprodukts durch den Zusatz von Alkohol herabgesetzt werden. Ein Ausdestillieren des Alkohols verstärkt das Problem der Schaumbildung. Im Extremfall führt diese Schaumbildung zur Flutung der Destillationsapparatur, so daß das Verfahren abgebrochen und der Produktionsablauf gestoppt werden muß.

Zur Lösung des Problems des hohen Energieverbrauchs sind aus anderen Bereichen der Technik unterschiedliche Destillationsverfahren mit Wärmerückgewinnung bekannt. Unter diesen hat die offene Wärmepumpe mit mechanischer Verdichtung die besten Kennzahlen. So werden hier für die Destillation von Wasser 50 Watt/Kg benötigt, was einem Energieverbrauch entspricht, der 20 mal geringer ist als bei der herkömmlichen Destillation. Genauer arbeitet die aus dem Stand der Technik bekannte Destillationsanlage nach dem Prinzip der offenen Wärmepumpe mit mechanischer Brüdenverdichtung (Verdichtung des Kopfprodukts). Die im Verdampfer unter Vakuum freigesetzten Kopfprodukte werden vom Verdichter volumetrisch abgezogen, verdichtet, dabei weiter erwärmt und anschließend in einem Kondensator niedergeschlagen. Die Kondensationsenergie wird der Verdampfung direkt zugeführt. Dadurch wird ein energetischer Kreisprozess realisiert, der ohne Heizung und Kühlung nur durch die Verdichterleistung in Gang gehalten wird. Dies gestattet die beachtliche Verringerung der erforderlichen Wärmemenge.

In Abhängigkeit von der zu destillierenden Lösung kann die Anlage mit einem Blasenverdampfer oder einem Flash-Verdampfer betrieben werden. Bei einem Blasenverdampfer liegt der Wärmetauscher im Sumpfraum des zu destillierenden Mediums, während bei dem Flash-Verdampfer das Sumpfprodukt mit einer Umwälzpumpe durch den Wärmetauscher

gefördert, erwärmt wieder in den Verdampfer geführt und dort zur Destillation entspannt wird. Diese Anlagen werden zur Aufkonzentration beispielsweise von Bädern und Spülwässern aus der Entfettung, Phosphatierung, Chromatierung und Galvanik, für Kühlschmieremulsionen, Gleitschleifemulsionen, Kompressorenkondensate oder Waschlösungen aus Waschkabinen und Hochdruckreinigern angewandt. Das Destillat (Abwasser) kann dem herkömmlichen Abwasser zugeleitet werden, während ein hochkonzentriertes, zur entsorgendes Konzentrat als Sumpfprodukt entnommen wird. Bei Lösungsmittelgemischen tritt bei dieser Art der Destillationsführung jedoch weiterhin das Problem auf, daß das leichter flüchtige Lösungsmittel zunächst abdestilliert wird, sich das Verhältnis mit der Lösungsmittel zueinander im Sumpfprodukt daher verschiebt. Auch diese Anlagen des Standes der Technik sind daher zur Aufkonzentration von wässrigen, alkoholischen Lösungen wie Pflanzenextrakten nicht geeignet.

Es ist Aufgabe der vorliegenden Erfindung, eine Anlage sowie Verfahren bereitzustellen, mit deren Hilfe organisch-wässrige Lösungen, insbesondere Pflanzenextrakte oder Spissumextrakte unter Vermeidung der genannten Probleme aufkonzentriert werden können. Vorzugsweise sollte dies unter für die Inhaltsstoffe möglichst schonenden Bedingungen erfolgen und sollte eine wahlweise Einstellung des Konzentrationsgrades sowie des Alkoholgehalts der Lösung je nach Bedarf möglich sein.

Gelöst wird diese Aufgabe erfindungsgemäß durch eine Vakuumdestillationsanlage, umfassend a) einen Flash-Verdampfer, b) einen Brüdenverdichter, und c) einen dem Brüdenverdichter nachgeschalteten mehrstufigen Kondensator vorzugsweise mit zwischengeschalteter Rektifikation, bei der Mittel zum Rückführen mindestens eines Teils des Kondensats aus einer Kondensationsstufe in den Verdampfer vorgesehen sind.

Vorzugsweise dient der Kondensator als Wärmetauscher und ist so angeordnet, daß das Sumpfprodukt vor der Rückführung in den Verdampfer bzw. vor dem Einspritzen in den Flash-Verdampfer als Kühlflüssigkeit bzw. Wärmeträgerflüssigkeit für den Kondensator dient. Dies geschieht, in dem das Sumpfprodukt vor Einspeisung in den Verdampfer als

Kühlflüssigkeit am Kondensator vorbeigeführt wird. Dabei nimmt das Sumpfprodukt im Austausch die Kondensationswärme des Destillats auf und wird so wieder auf Destillationstemperatur gebracht. Beim erneuten Einspeisen in den Flash-Verdampfer entspannt sich das Sumpfprodukt, wobei ein Teil der Lösungsmittel verdampft und sich die verbleibende Flüssigkeit abkühlt. Diese fällt wiederum als Sumpfprodukt an, das erneut zur Kühlung dienen kann. Die Führung der "Kühlflüssigkeit" erfolgt gemäß dem Prinzip des Wärmetauschs, wobei diese zunächst mit der kälteren Kondensationsstufe für die am leichtesten flüchtigsten Bestandteile des Kopfprodukts in Kontakt gebracht wird, woran sich weitere Kondensationsstufen in Reihenfolge der Flüchtigkeit der niedergeschlagenen Destillatbestandteile anschließen, bis hin zur Kondensationsstufe für die am schwersten flüchtigen Bestandteile. Bei wässrigen, alkoholischen Lösungsmittelgemischen stellt Wasser den am schwersten flüchtigen Bestandteil des Kopfprodukts und der oder die Alkohol(e) den (die) leichter flüchtigen Bestandteil(e) desselben dar. Die Destillatkondensate werden aus den Kondensationsstufen separat entnommen.

Zwischen den Kondensationsstufen ist vorzugsweise eine Rektifikation vorgesehen, um eine bessere Trennung der Kopfproduktbestandteile voneinander zu erzielen. Vorzugsweise sind zwei bis vier, am meisten bevorzugt zwei Kondensationsstufen je nach Zahl der Bestandteile des abzuziehenden Lösungsmittelgemisches vorgesehen.

Erfindungsgemäß wird weiterhin mindestens ein Teil des Kondensats mindestens einer Stufe dem Sumpfprodukt mittels hierfür vorgesehener Leitungen wieder zugeführt, bevor dies erneut der Verdampfung zugeleitet wird. Über diesen Zusatz von Kondensat zum Sumpfprodukt kann der überproportional entnommene Anteil des leichter flüchtigen Bestandteils im Sumpfprodukt ersetzt werden und so das Verhältnis der Lösungsmittel untereinander trotz unterschiedlicher Flüchtigkeit konstant gehalten werden. Der leichter flüchtige Bestandteil Alkohol dient erfindungsgemäß als Schleppmittel für den schwerer flüchtigen Bestandteil Wasser, das unterhalb des Azeotrop-Punktes aus dem wässrigen, alkoholischen Lösungsmittelgemisch geschleppt wird. Vorzugsweise wird das Kondensat dem Verdampfer oberhalb des Flüssigkeitspegels des Sumpfproduktes wieder zugeführt.

Ebenso kann das Kondensat jedoch dem Sumpfprodukt zugeführt, mit diesen und gegebenenfalls weiterer Lösung (Spissumextrakt) gemischt und die Mischung dem Verdampfer zugeführt werden.

Die Effizienz des Kühlverfahrens läßt sich dadurch steigern, daß Mittel zum aktiven Durchleiten des Sumpfproduktes bzw. Sumpfes aus dem Verdampfer durch den Kondensator vorgesehen wird. Hierbei handelt es sich vorzugsweise um eine Umwälzpumpe.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung weist vorzugsweise die in den Ansprüchen beschriebenen Merkmale auf.

Erfindungsgemäß wird außerdem ein Verfahren zur schonenden Aufkonzentrierung von wässrigen, alkoholischen Lösungen bereitgestellt, bei dem man

- a) die Lösung unter Vakuum entspannt,
- b) das Kopfprodukt volumetrisch fördert und verdichtet,
- c) das Kopfprodukt in mehreren Stufen kondensiert, um dieses in seine schwerer flüchtigen und leichter flüchtigen Bestandteile zu trennen, und
- d) mindestens ein Teil des Kondensats mindestens einer Stufe dem Sumpfprodukt wieder zuführt, bevor dieses erneut in Schritt a) eingesetzt wird, bis die gewünschte Aufkonzentrierung erzielt ist.

Vorzugsweise wird das Sumpfprodukt als Kühlflüssigkeit für die Kondensationsstufen eingesetzt, indem es aktiv an den verschiedenen Kondensationsstufen wie oben beschrieben vorbeigeführt wird.

Vorzugsweise wird ein Verfahren zur schonenden Aufkonzentrierung von binären wässrigen, alkoholischen (vorzugsweise ethanolischen) Lösungen bereitgestellt, bei dem in Schritt c) zwei Kondensationsschritte erfolgen und das Kondensat der zweiten Stufe, bei dem es sich um den leichter flüchtigen Alkohol, insbesondere Ethanol, handelt dem Sumpfprodukt wieder zugeführt wird. Vorzugsweise wird das Kondensat in einer solchen Menge rückge-

führt, daß das Wasser/Alkohol-Verhältnis (Wasser/Ethanol-Verhältnis) der Lösung im Sumpfprodukt konstant bleibt.

Die Verdampfung erfolgt mit Hilfe der Flash-Verdampfung. Die Flash-Verdampfung gestattet das Arbeiten bei niedrigen Temperaturen, unter gleichzeitiger Verminderung der Flächenbelastung des Produktes, Verkürzung der Verweilzeit und homogener Energieaufnahme. Hierdurch wird eine Wärmebelastung der arzneilich wirksamen Bestandteile der Pflanzenextrakte vermieden. Allgemein ist so die Einengung von Lösungen, die wärmeempfindliche Substanzen beinhalten, möglich.

Das Verfahren wird erfindungsgemäß vorzugsweise zur Aufkonzentrierung wässriger, ethanolischer Pflanzendrogenextrakte mit einem Ethanolgehalt von mindestens 20 Vol.-%, vorzugsweise 30 bis 70 Vol.-% verwendet. In diesem Bereich sind die meisten arzneilich wirksamen Bestandteile, insbesondere Phenole und Flavonoide pflanzlichen Ursprungs, löslich. Ein zu weites Hinaufführen des Extrakts in die Wasserphase kann erfindungsgemäß vermieden werden, so daß keine Entmischung des Spissumextrakts auftritt.

Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens kann die erfindungsgemäße Anlage verwendet werden.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Idee zugrunde, Alkohol als Schleppmittel zur Ausdestillation des an sich schwerer flüchtigen Wassers zu verwenden, der ohne zusätzliche Energie aus dem Verfahren gewonnen wird. Zum anderen wird die Temperatur im Wärmeaustauscher durch partielle Kondensation so gesteuert, daß eine gleichzeitige Kondensation und Trennung mehrerer unterschiedlicher Lösungsmittel (Wasser und Alkohol(e)) bei gleichem Druck möglich ist.

Dies wird zum einen durch die volumetrische Dampfförderung erreicht. Bei der volumetrischen Dampfförderung werden die Moleküle der Gasphase von einem (Brüden)verdichter entsprechend der Zusammensetzung oder den Partialdrücken der Bestandteile im Reaktions-

raum abgesaugt. Schaltet man also, wie erfindungsgemäß vorgesehen, zwischen den Verdampfungsprozeß und den Kondensator einen Verdichter bzw. ein volumetrisch förderndes System wie beispielsweise ein Rootsgebläse, so entsteht hinter dem Verdichter ein definiertes Gemisch, das durch partielle Kondensation zerlegt werden kann.

Anders als gemäß dem Stand der Technik, wird erfindungsgemäß die Rektifikation nicht auf der Verdampferseite eingesetzt, wo der zur Abreicherung notwendige Rücklauf durch externe Wärmeabfuhr und damit Energieverlust gebildet wird, sondern auf der Kondensatseite nach der Verdichtung. Die Kondensation (und Rektifikation) wird erfindungsgemäß so eingesetzt, daß nicht nur die hydraulische Energie zur Auftrennung der Dampfdrücke benutzt wird, sondern die Kondensationswärme der kondensierten Fraktionen systemimmanent genutzt werden kann, um das Sumpfprodukt auf Arbeitstemperatur zurückzuführen. Weiterhin kann ein ständiger Alkoholreflux als Schleppmittel gefahren werden, ohne dafür zusätzlich über die Verdichtungsarbeit hinaus Energie einsetzen zu müssen.

Auf die Energiebilanz wirkt sich weiterhin günstig aus, daß ein Teil des Kondensats in den Verdampfer bzw. das Sumpfprodukt rückgeführt wird, die darin enthaltende Wärme also wiederum zur Erwärmung des durch die Entspannung im Flash-Verdampfer abgekühlten Sumpfprodukts verwendet wird. Die Rückführung des Kondensats gestattet somit nicht nur die Verwendung des leichter flüchtigen Lösungsmittelbestandteils als Schleppmittel für höher siedende Bestandteile, sondern trägt auch zur Verringerung des Energiebedarfs des Gesamtverfahrens bei. Weiterhin verringert die Wärmezufuhr über die Rückführung eines Teils des Kondensats die Grenzflächenbelastung des Sumpfprodukts, da Wärme nicht von außen über die Grenzfläche zwischen Behälter und Sumpfprodukt zugeführt werden muß, sondern mit einer Flüssigkeit eingespeist wird. Dies trägt zur schonenden Aufarbeitung bzw. Einengung bei. Durch Erhalt der Alkoholkonzentration im Sumpfprodukt wird zugleich die Entmischung verhindert.

Die Verwendung des leichter flüchtigen Lösungsmittels (Alkohol) als Schleppmittel bzw. dessen Rückführung in das Sumpfprodukt und die Aufrechterhaltung der Alkoholkonzen-

tration in demselben löst weiterhin das Schaum-Problem, da dieses verstärkt mit Sinken des Alkoholgehalts des Lösungsmittelgemisches auftritt.

Darüber hinaus gestattet es die erfindungsgemäße Trennung des Kopfprodukts in seine einzelnen Bestandteile, diese separat zu recyceln. So wird erfindungsgemäß das Kopfprodukt durch partielle Kondensation in mehreren Kondensationsschritten zerlegt. Zur besseren Trennung kann dazu eine Rektifikation zwischen die einzelnen Kondensationsschritte zwischengeschaltet werden. Vorzugsweise wird diese bei der erfindungsgemäßen Vorrichtung zwischen zwei Wärmetauscher gesetzt, so daß sie die nötige Dampfschwere bildet, um die höher siedenden Bestandteilen (Wasser) von den leichter siedenden Bestandteilen (Alkohol) getrennt auskondensieren zu lassen. Dieser Effekt läßt sich vorzugsweise dadurch steigern, daß eine Vorvakuumpumpe zusätzlich zum Verdichter eingesetzt wird. Hierbei kann es sich beispielsweise um eine mit Öl betriebene Flüssigkeitsringpumpe handeln. Die einzelnen Kondensate können in relativ reiner Form, soweit sie nicht erfindungsgemäß zurückgeführt werden, entnommen werden.

Im folgenden soll eine bevorzugte Ausführungsform der vorliegenden Erfindung anhand der beigefügten Abbildung beschrieben werden.

Eine erfindungsgemäße Destillationsanlage, wie in Fig. 1 gezeigt, umfaßt zunächst eine Verdampfereinheit 1 aus einem Verdampfersumpf 2 und damit dem Bereich, in dem die zu verdampfende Flüssigkeit zirkuliert, einen Flüssigkeitsabscheider 3, in dem das bei der Verdampfung mitgerissene Produkt abgeschieden wird und über einen Siphon 4 in die Flüssigkeitsphase zurücklaufen kann, sowie einen Aerosolabscheider 5, in dem die vorge reinigten Brüden bzw. Kopfprodukte im Verdampferkopf nochmals mit einem Tangentialabscheider gereinigt werden, um hier auch die enthaltenden Aerosole auszuscheiden.

Mittig im Verdampfer sitzt von unten angeordnet eine Sonde (nicht gezeigt), mit der die Füllhöhe im Verdampfer gemessen werden kann. Das durch die Verdampfung abgekühlte

Sumpfprodukt läuft über ein Ablaufrohr 6 im Verdampferboden der Pumpe 7 zu. Um eine Strudelbildung oder eine Verstopfung durch abgesetztes Produkt zu vermeiden, ist das Ablaufrohr durch einen Rohrbogen verlängert, so daß über diese Leitung der Verdampfer nicht vollständig leerlaufen kann. Zur vollständigen Entleerung ist daher an der tiefsten Stelle des Verdampferbodens eine zusätzliche Leitung angebracht, die den Restablauf in die Pumpe hinein sicherstellt. Die Pumpe 7, vorzugsweise eine Umwälzpumpe, fördert das Bodenprodukt durch den Wärmetauscher 8. Dort wird das Sumpfprodukt aufgeheizt und über eine Umwälzleitung 9 wieder in die tangentielle Einspritzung 10 im Verdampfer zurückgeführt. Über dieselbe Leitung kann auch eine weitere Lösung (Feed) zugeführt werden. Die Zuführung erfolgt über ein Füllventil 11 durch den Wärmetauscher in die Umwälzleitung, wobei die Einführung des Feeds in die Umwälzleitung vorzugsweise so konstruiert ist, daß sie gleichzeitig die Drossel darstellt, über die das umwälzende Produkt entspannt, und sich somit das Feed mit dem umwälzenden Sumpfprodukt in der Leitung bis zum Verdampfer vermischt.

Die bei der Verdampfung freiwerdenden Brüden bzw. Kopfprodukte werden vom Brüdenverdichter 12, vorzugsweise einer Wälzkolbenpumpe oder einem Rootsgebläse, abgezogen, verdichtet und gleichzeitig in den Wärmetauscher 8a gedrückt. Vom Wärmetauscher 8a geht im Bodenbereich eine Verbindungsleitung 13 zur Rektifikation 14, so daß die im Wärmetauscher nicht niedergeschlagenen Dämpfe durch die Rektifikation aufsteigen und sodann über eine Verbindungsleitung 15 der Rektifikation in den zweiten Wärmetauscher 8b geführt werden. Dort wird die Restlösung niedergeschlagen. Das Kondensat der Wärmetauscher wird jeweils abgezogen vorzugsweise über Membranpumpen 16a, b und ausgefördert. Das Kondensat des zweiten Wärmetauschers wird in Abhängigkeit von der Durchflußregelung mittels eines Ventils in den Kopfbereich des Verdampfers wieder eingespritzt, um hier das Rücklaufverhältnis sicherzustellen.

Im Betrieb des Verfahrens wird der aufzukonzentrierende Spissumextrakt in den Verdampfer eingespeist, entspannt und die dabei entstehenden Gase über den Verdichter abge-

zogen. Der Destillationsrückstand bzw. das Sumpfprodukt fällt in den Sumpfraum und wird dort als Kühlflüssigkeit an den Wärmetauschern vorbeigeführt. Da über die Leitung ständig neuer Extrakt zugespeist und die Bodenleitung aufkonzentrierter Extrakt entnommen werden kann, kann das Verfahren kontinuierlich geführt werden. Wahlweise kann auch ein Batch-Verfahren vorgesehen sein. In beiden Fällen läßt sich der Alkoholgehalt des Sumpfprodukts kontinuierlich regeln, und zwar über die Menge des rückgeführten Alkohols. Die Arbeitstemperatur des Verfahrens liegt zwischen 35 und 45°C, vorzugsweise 38 und 42°C. Das anzulegende Vakuum beträgt zwischen 80 mbar und 150 mbar, vorzugsweise 110 mbar und 130 mbar. Nicht rückgeführtes Kondensat kann entnommen und wieder zur Extraktion verwendet bzw. als nur geringfügig belastetes Produkt entsorgt werden.

Im Ergebnis läßt sich mit dem erfindungsgemäßen Verfahren ein Eindampfungsverhältnis von 1 : 10 erzielen. Die Absolutmenge an im Extrakt enthaltenden arzneilich wirksamen Bestandteilen ist nicht verringert, Ausfällungen oder Schaumbildungen treten nicht oder nur im äußerst geringem Umfang auf.

Patentansprüche

1. Vakuumdestillationsanlage, umfassend
 - a) einen Flash-Verdampfer,
 - b) einen Brüdenverdichter, und
 - c) einen dem Brüdenverdichter nachgeschalteten mehrstufigen Kondensatorbei der Mittel zum Rückführen mindestens eines Teils des Kondensats aus einer Kondensationsstufe in das Sumpfprodukt vorgesehen sind.
2. Vakuumdestillationsanlage gemäß Anspruch 1, umfassend zwischen die Kondensationsstufen zwischengeschaltete Rektifikationen.
3. Vakuumdestillationsanlage gemäß Anspruch 1 oder 2, bei der der Kondensator so angeordnet ist, daß das Sumpfprodukt vor der Rückführung in den Verdampfer als Wärmeträgerflüssigkeit für den Kondensator dient.
4. Vakuumdestillationsanlage gemäß einem der Ansprüche 1 bis 3, bei der zwei bis vier Kondensationsstufen vorgesehen sind, zwischen die jeweils eine Rektifikation geschaltet ist.
5. Vakuumdestillationsanlage gemäß einem der Ansprüche 1 bis 4, bei der das Kondensat der letzten Kondensationsstufe vollständig oder teilweise in den Verdampfer zurückgeführt wird.
6. Vakuumdestillationsanlage gemäß Anspruch 5, mit 2 Kondensationsstufen.

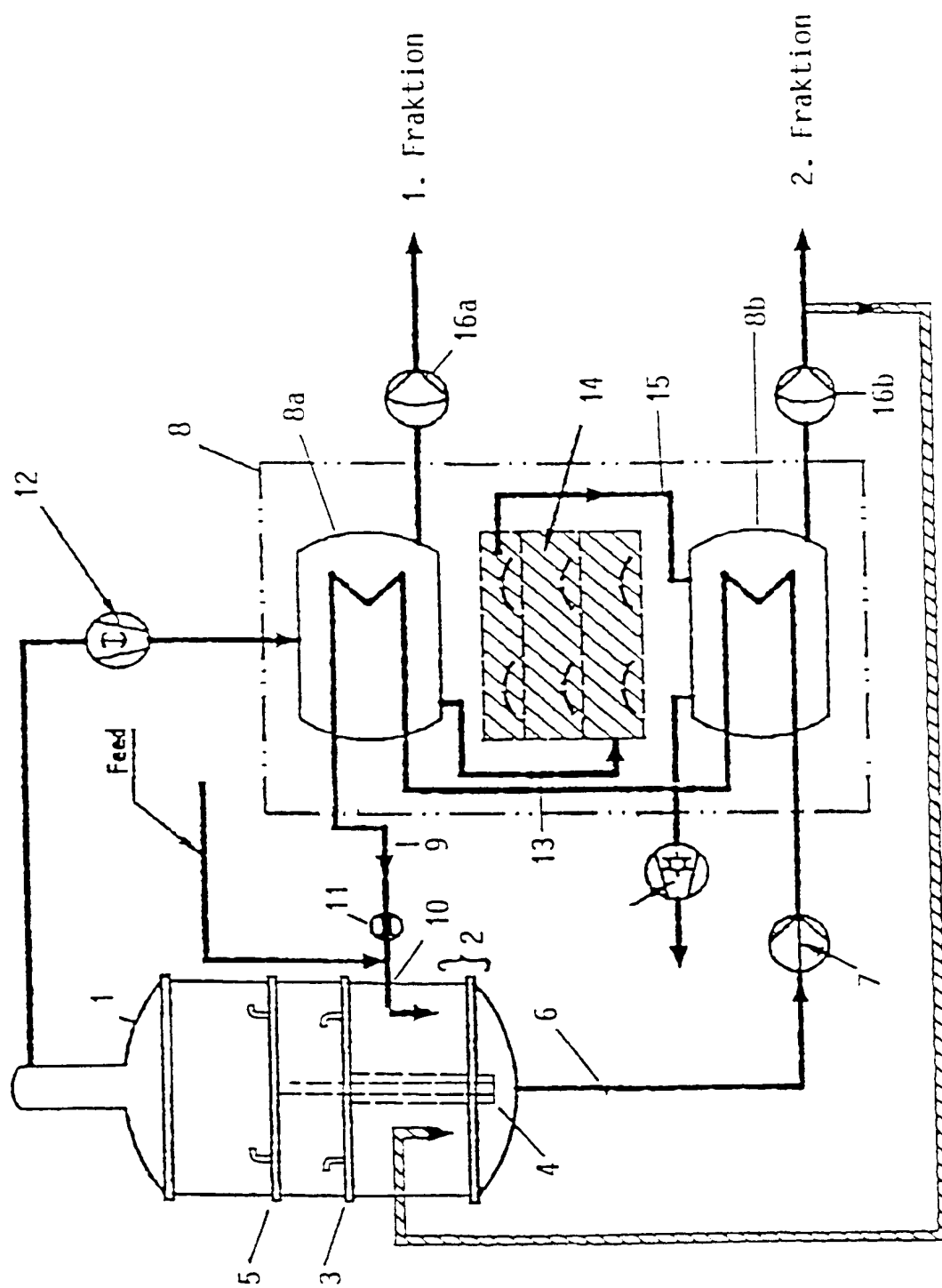
7. Vakuumdestillationsanlage gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, bei der das Kondensat dem Verdampfer oberhalb des Flüssigkeitspegels des Sumpfproduktes zugeführt wird.
8. Vakuumdestillationsanlage gemäß einem der Ansprüche 1 bis 6, bei dem das Kondensat dem Sumpfprodukt zugeführt, mit diesem gemischt und die Mischung dem Verdampfer zugeführt wird.
9. Vakuumdestillationsanlage gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8, umfassend außerdem Mittel zum aktiven Durchleiten des Sumpfprodukts durch den Kondensator.
10. Vakuumdestillationsanlage gemäß Anspruch 9, bei dem das Mittel zum aktiven Durchleiten eine Umwälzpumpe ist.
11. Vakuumdestillationsanlage gemäß einem der Ansprüche 1 bis 10, die zusätzlich zum Verdichter eine Vorvakuumpumpe aufweist.
12. Vakuumdestillationsanlage gemäß Anspruch 11, bei der die Vorvakuumpumpe eine mit Öl betriebene Flüssigkeitsringpumpe darstellt.
13. Vakuumdestillationsanlage gemäß einem der Ansprüche 1 bis 12, umfassend auf der Destillatseite Mittel zum Abscheiden von während der Flash-Verdampfung vom Kopfprodukt mitgerissenen festen und/oder flüssigen Bestandteilen.
14. Verfahren zur schonenden Aufkonzentrierung von wässrigen, alkoholischen Lösungen, bei dem man
 - a) die Lösung unter Vakuum entspannt,
 - b) das Kopfprodukt volumetrisch fördert und verdichtet,
 - c) das Kopfprodukt in mehreren Stufen kondensiert, um dieses in seine schwe-

rer flüchtigen und leichter flüchtigen Bestandteile zu trennen, und

- d) mindestens ein Teil des Kondensats mindestens einer Stufe dem Sumpfprodukt wieder zuführt, bevor dieses erneut in Schritt a) eingesetzt wird bis die gewünschte Aufkonzentrierung erzielt ist.
- 15. Verfahren gemäß Anspruch 14, bei dem das Sumpfprodukt als Wärmeträgerflüssigkeit für die Kondensationsstufen eingesetzt wird.
 - 16. Verfahren gemäß Anspruch 14 oder 15, bei dem ausgehend von binären Lösungen in Schritt c) 2 Kondensationsschritte erfolgen und bei dem mindestens ein Teil des Kondensats der zweiten Stufe dem Sumpfprodukt wieder zugeführt wird.
 - 17. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 14 und 16, bei dem das Kondensat in einer solchen Menge rückgeführt wird, das das Wasser/Alkohol-Verhältnis der Lösung im Sumpfprodukt konstant bleibt.
 - 18. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 14 bis 17, bei dem das Sumpfprodukt mit Hilfe der Flash-Verdampfung destilliert wird.
 - 19. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 14 bis 18 zur Aufkonzentrierung wässriger, ethanolischer Pflanzendrogenextrakte mit einem Ethanolgehalt von mindestens 20 Vol.-%, vorzugsweise 30 bis 70 Vol.-%.
 - 20. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 14 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß es mit einer Vakuumdestillationsanlage gemäß einem der Ansprüche 1 bis 13 durchgeführt wird.

21. Verwendung einer Anlage gemäß einem der Ansprüche 1 bis 13 zur Aufkonzentrierung organisch-wässriger Lösungsmittel, die Extraktionen enthalten.





FIGUR 1

